

In the outstanding Official Action, claims 1-22 and 24-28 were objected to for not reciting the proper articles to introduce a claim under preferred U.S. patent practice.

Claims 1-28 have been cancelled and new claims 29-48 have been added. The independent claims now begin with "A" and the dependent claims now begin with "The".

Claims 2, 4, 7, 9, 10, 14, 18, 19 and 23-25 were rejected for containing a recitation of a narrow range recitation that falls within a recitation of broad range within the same claim. The Official Action further rejected claim 18 for allegedly being indefinite for reciting the term "triazole" followed by the terms "benzotriazole and methylbenzotriazole". The Official Action also contends that the use of "5(or6)" in claim 18 was indefinite because it was uncertain how a compound can be a 5-carboxy or a 6-carboxy. Furthermore, the term "5(or 6)" has been removed from the claim.

New claims 39-48 address these concerns stated in the outstanding Official Action. The subject matter of original claim 18 may now be found in new claim 38. New claim 38 recites a Markush group which contains the compounds triazole, benzotriazole and methylbenzotriazole.

Claims 1, 2, 5, 6, 19, 20, 22, 23 and 25 were also rejected for allegedly being anticipated by or, in the alternative obvious over VOO et al. 5,464,850. In light of the present amendment, it is respectfully submitted that VOO et al. fails to anticipate or render obvious the presently claimed

invention, and that VOO et al. should not be repeated with respect to any of the new claims 29-48.

VOO et al. disclose a family of solutions that can be used to calibrate one or more electric chemical sensors. The solutions utilize a variety of preservatives in order to prolong their shelf life.

However, VOO et al. fail to disclose the composition of the present invention. The present invention is directed to a chemical composition exhibiting synergistic properties which comprises bactericidal N-formal, a fungicide and a stabilizer. While VOO et al. may disclose bactericidal N-formal and a fungicide, VOO et al. fail to provide the recited bactericidal N-formal and stabilizers of the present invention. VOO et al. also fail to provide the recited ranges for these components of the present invention.

The Examiner's attention is respectfully directed to page 9 of the present specification. At page 9, the unexpected properties of the present invention are described in full detail.

The combination of the three components recited in the present invention provide a homogenous and stable preservative composition. When the preservative composition is added to industrial products, the addition of the composition enhances the shelf life and service life of the industrial products.

As VOO et al. fails to disclose the composition and the unexpected properties exhibited by the composition of the present

invention, it is respectfully submitted that VOO et al. fails to anticipate or render obvious the present and claimed invention.

Claims 1-28 were also rejected as allegedly being obvious over LUTZ et al. 6,114,366 in view of REEVE 5,210,094, DE 2337755, DE 19534532, RAAD et al. 6,267,979, GRIER et al. 4,119,779 and ROTHENBURGER et al. 6,121,302. This rejection is respectfully traversed.

The publications cited by the Official Action, do not in any way disclose the composition of the present invention. Furthermore, these publications fail to provide one of ordinary skill in the art the motivation and reasonable expectation of success to combine the necessary respective disclosures in order to obtain Applicants' present invention.

LUTZ et al. discloses a composition containing a preservative system containing two biocidal components. However, LUTZ et al. fail to disclose the combination of the present invention of a bactericidal N-formal, a fungicide and a stabilizer.

While LUTZ et al. discloses several bactericidal and fungicides, LUTZ et al. fails to disclose the components and recited ranges of the presently claimed invention. For example, LUTZ et al. fails to even mention the desirability or need for a stabilizer.

In an effort to remedy the deficiencies of LUTZ et al., the Official Action cites REEVE. REEVE discloses that isothiazolones are effective microbiocides and that they may be

combined with several stabilizers. However, REEVE et al. fails to disclose the bactericidal N-formals of the present invention. In addition, REEVE fails to identify the ranges recited in claims 29-48 for the bactericidal N-formal, fungicide and stabilizer. As REEVE fails to disclose the components and recited ranges of the present invention, one of ordinary skill in the art would lack the requisite motivation to combine LUTZ et al. and REEVE to obtain the present invention.

In fact, the publications of DE 2337755, DE 19534532, RAAD et al., GRIER et al. and ROSENBURGER et al. all fail to disclose the composition of the present invention.

The DE 2337755 document discloses that N-formals or O-formals may act with mercapto pyridine as disinfectants. However, the document fails to even mention the addition of fundicides or stabilizers. Furthermore, it is respectfully submitted that one of ordinary skill in the art would appreciate that the synergistic properties disclosed in the DE 2337755 document would be limited to the compounds disclosed in the document in order to achieve such an effect. Thus, one of ordinary skill in the art would lack the motivation and reasonable expectation of success to combine the DE 2337755 document with the cited publications noted above.

The DE 19534532 document discloses that solublizers may be added in combination with isothiazolones. However, the document also fails to disclose the recited components in the composition of the present invention.

RAAD et al. is directed to control of biofouling in pipes for aqueous systems via the use of compositions and methods that include the combination of a chelator with an antimicrobial agent. While the document does disclose chelator in combination with antimicrobials, it is unclear where one of ordinary skill in the art would find the requisite motivation and reasonable expectation of success to combine the disclosure of the RAAD et al. article cited above to obtain the present invention.

GRIER et al. discloses precise compounds which may be used as antimicrobial agents for metal working compositions. However, GRIER et al. also fails to disclose the components of the composition of the present invention.

ROSENBURGER et al. disclose stabilized formulations of isothiazolones. ROSENBURGER et al. disclose that a biocidal may be prepared by mixing one or more isothiazolones with a formaldehyde donor such as an alkanol-substituted dimethyl hydantoin. The hydantoin acts as a stabilizer for the isothiazolone. Thus, ROSENBURGER et al. fails to provide the recited combination of bactericidal, fungicide and stabilizer of the present invention.

In fact, the Official Action concedes on page 6 that the cited publications fail to disclose the combination of a bactericidal N-formal, fungicide and stabilizer. While the Official Action states that the publications suggest the combination of N-formals with other bactericidal compounds, the Official Action fails to establish that the publications as noted

above provide the necessary motivation and reasonable expectation of success to combine their respective teachings in order to obtain the present invention.

The cited publications fail to teach the combinations of a bactericidal N-formal, fungicide and stabilizer of the present invention, nor do the cited publications alone or in combination suggest the unexpected preservative properties exhibited in the composition of the present invention.

Thus, it is respectfully submitted that the cited publications of LUTZ et al. in view of REEVE, DE 2337755, DE 19534532, RAAD et al. GRIER et al. and ROTHENBURGER et al. fail to render obvious the presently claimed invention.

Claims 1-14 and 19-24 were also provisionally rejected for allegedly falling under the judicially created doctrine of obviousness type double patenting. This rejection is respectfully traversed.

While the Official Action concedes that the claims are not identical, the Official Action alleges that the claims are not patentably distinct because "both applications claim compositions comprising biocidally effective mixtures of N-formal compounds, isothiazolone compounds, stabilizers, solvents, etc. and similar methods of using the same by adding the composition to an industrial product". However, the standard for determining obviousness type double patenting is not based on whether two applications contain similar compounds. An obviousness type double patenting rejection must be based on the obviousness

standard of 35 USC §103(a). It is respectfully submitted that the Official Action fails to meet its burden in determining that claims 1-14 and 19-24 of the present application fall under the doctrine of obvious type double patenting.

Reconsideration of the obviousness type double patenting is also respectfully requested in light of the present amendment. As noted above, the presently claimed invention recites a bactericidal N-formal, fungicide and stabilizer. U.S. application 09/861,586 is directed to compositions containing iodopropylbutyl. While the compositions of U.S. application 09/861,586 do contain N-formal, it is respectfully submitted that one of ordinary skill in the art would not find a composition obvious due to the use of a similar compound absent some suggestion or motivation to do so. As such, it is respectfully submitted that the presently claimed invention is distinct from application No. 09/861,586.

It is also respectfully submitted that the presently claimed invention is patentably distinct relative to the claims of copending U.S. application 09/424,447 for the same reasons the presently claimed invention is patentably distinct over application No. 09/861,586. Application No. 09/861,586 is a divisional of application No. 09/424,447. A copy of which is enclosed. However, clarification is requested concerning the citation of U.S. application 09/734,646. The present application has been given the serial number 09/734,646. It is respectfully believed that the Examiner wishes to identify another

BEILFUSS et al. S.N. 09/734,646

application. If the Examiner identifies the application of interest, we will certainly make all efforts to provide a copy of the claims and specification.

In view of the present amendment and the foregoing remarks, therefore, it is believed that the present application is now in condition for allowance, with claims 29-48, as presented. Allowance and passage to issue on that basis are accordingly respectfully requested.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON

By Philip A. DuBois
Philip A. DuBois
Agent for Applicants
Registration No. 50,696
745 South 23rd Street
Arlington, VA 22202
Telephone: 703/521-2297

April 3, 2002

①

①9 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DT 23 37 755 A

①

Offenlegungsschrift 23 37 755

②

Aktenzeichen: P 23 37 755.1-41

②2

Anmeldetag: 25. 7. 73

②3

Offenlegungstag: 20. 2. 75

③0

Unionspriorität:

③2 ③3 ③1 —

⑤4

Bezeichnung: Konservierungs- und Desinfektionsmittel

⑦1

Anmelder: Schülke & Mayr GmbH, 2000 Norderstedt

⑦2

Erfinder: Eggensperger, Heinz, Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., 2000 Hamburg;
Diehl, Karl-Heinz; Ramlau, Peter; 2000 Norderstedt

Prüfungsantrag gem. § 28 b PatG ist gestellt

ORIGINAL INSPECTED

Schülke & Mayr GmbH
2 Norderstedt 2
Robert-Koch-Straße 2

(9973)

Hamburg, den 24. Juli 1973

Konservierungs- und Desinfektionsmittel

Die Erfindung betrifft ein neues Konservierungs- und Desinfektionsmittel für technische Lösungen, Emulsionen, Dispersionen und Suspensionen, welches eine synergistische Wirkstoffkombination enthält. Insbesondere sind die Mittel zur Abtötung von Keimen in Kühlschmierstoffen auf Mineralölbasis oder synthetischer Herkunft, z.B. für technische Bohrölemulsionen, geeignet.

Es ist bereits bekannt, für die Konservierung und Desinfektion von derartigen technischen Lösungen und Emulsionen Kondensationsprodukte mit Alkylaminen, z.B. das Kondensationsprodukt aus Formaldehyd und Äthanolamin (Oxyäthyl-hexahydrotriazin) oder von Formaldehyd mit Alkoholen, z.B. das O-Formal des Benzylalkohols oder die Acetale von Alkoholen wie Glykolen und Glykolmonoäthern einzusetzen. Da diese Verbindungen in ihrer mikrobiziden Wirkung eine Lücke gegen Pilze und Hefen auf-

2337755

weisen, ist es üblich, als weiteren Wirkstoff Pentachlorphenol zuzufügen. Aufgrund der schlechten biologischen Abbaubarkeit von chlorierten Phenolen und insbesondere wegen der ungünstigen toxikologischen Werte von Pentachlorphenol besteht ein großes Bedürfnis für Wirkstoffkombinationen, welche ein breites mikrobizides Wirkungsspektrum aufweisen, also auch gegen Pilze und Hefen wirksam sind, ohne gleichzeitig die Nachteile zu besitzen, welche mit der Verwendung von chlorierten Phenolen verbunden sind.

Es ist bereits bekannt, daß 2-Mercaptopyridin und dessen Salze eine gewisse fungizide Wirksamkeit besitzen. Überraschend wurde nunmehr jedoch gefunden, daß bei Kombination von 2-Mercaptopyridin mit bestimmten Formaldehydreaktionsprodukten Wirkstoffkombinationen erhalten werden, welche nicht nur das erwünschte breite Wirkungsspektrum bei guter biologischer Abbaubarkeit und wesentlich geringerer Toxizität für Warmblüter aufweisen, sondern welche verglichen mit der Wirkung der Einzelbestandteile sogar eine erhebliche synergistische Wirkungssteigerung zeigen.

Gegenstand der Erfindung sind demgemäß Konservierungs- und Desinfektionsmittel für technische Lösungen, Emulsionen, Dispersionen und Suspensionen, welche durch

509808/0928

2337755

einen Gehalt an einer Wirkstoffkombination gekennzeichnet sind, welche aus

- a) 1. einem Kondensationsprodukt von äquimolaren Mengen Formaldehyd mit einem primären Alkyl-, Hydroxyalkyl- oder Alkoxyalkylamin mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen im Alkylrest oder Gemischen derartiger Kondensationsprodukte, oder
- a) 2. einem Additions- oder Kondensationsprodukt von 1 bis 2 Mol Formaldehyd je Mol alkoholischer Hydroxylgruppe mit Benzylalkohol und/oder aliphatischen Glykolen mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen im Molekül und/oder Monoalkyläthern derartiger Glykole mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen im Ätherrest oder Gemischen derartiger Produkte, und
- b) 2-Mercaptopyridin oder dessen Alkali- oder Ammoniumsalzen besteht,

wobei das Verhältnis von Komponente a) zu Komponente b) zwischen 1:1 und 99:1 liegt.

Die in der erfindungsgemäßen Wirkstoffkombination enthaltenen N-Formale werden durch Umsetzen von äquimolaren Mengen Formaldehyd mit primären aliphatischen Aminen erhalten, wobei Alkyl-, Hydroxyalkyl- oder Alkoxyalkylamine einge-

setzt werden können, welche 2 bis 6 Kohlenstoffatome im Molekül enthalten. Besonders bevorzugte Amine sind dabei Äthylamin, Isopropylamin, Äthanolamin, Isopropanolamin und Methoxyäthylamin. Ganz besonders bevorzugt ist das Kondensationsprodukt aus 1 Mol Formaldehyd mit 1 Mol Äthanolamin, das N,N,N-Tris(oxyäthyl)-hexahydrotriazin. Dieses Produkt findet bereits in der Praxis Anwendung als Konservierungs- und Desinfektionsmittel für Bohrölemulsionen. Darüber hinaus können auch Gemische von Formaldehyd-Kondensationsprodukten mit verschiedenen Aminen der vorstehend angegebenen Definition Verwendung finden.

Statt der N-Formale kann die erfindungsgemäße Wirkstoffkombination auch O-Formale enthalten. Hierbei handelt es sich um Umsetzungsprodukte von Formaldehyd mit Benzylalkohol, z.B. das Benzylalkohol-O-formal, oder um Reaktionsprodukte von Formaldehyd mit Glykolen oder Glykolmonoäthern, wobei die Glykole 2 bis 8 Kohlenstoffatome im Molekül enthalten können und der Ätherrest 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 4 Kohlenstoffatome aufweist. Besonders bevorzugt sind Reaktionsprodukte von Butyldiglykol sowie dessen Monoäthern, z.B. des Butyldiglykolmonoäthyläthers. Auch Mischformale verschiedener Alkohole sind geeignet. Zur Herstellung dieser O-Formale wird die entsprechende Alkoholkomponente in Gegenwart von etwas Kaliumcarbonat mit Paraformaldehyd erhitzt. Dabei werden je alkoholische Hydroxylgruppe 1 bis 2 Mol Formaldehyd eingesetzt.

Für eine wirkungsvolle Konservierung von wässrigen Emulsionen und Dispersionen ist eine gute Löslichkeit der Wirkstoffkombination in der wässrigen Phase wesentlich. Für derartige Einsatzzwecke werden erfindungsgemäß vorzugsweise die Halbformale von Diglykolen oder Glykoläthern, vorzugsweise beispielsweise das Butyldiglykolhalbformal eingesetzt. Das O-Formal des Benzylalkohols ist dagegen in diesen Fällen weniger geeignet.

Als zweite Komponente findet in den erfindungsgemäßen Mitteln 2-Mercaptopyridin Verwendung. Daneben sind auch dessen Alkali- und Ammoniumsalze geeignet, wobei jedoch das freie Pyridinderivat wegen dessen besserer Öllöslichkeit in der Regel bevorzugt ist. Als Alkalisalze kommen in erster Linie die Natrium- und Kaliumsalze sowie das Ammoniumsalz in Betracht. Es ist zwar bereits bekannt, daß 2-Mercaptopyridin fungizide Wirksamkeit besitzt, doch war nicht zu erwarten, daß in Kombination mit den oben genannten N- und O-Formalen eine synergistische Wirkstoffkombination mit breitem Wirkungsspektrum erhalten werden würde.

Zur näheren Erläuterung der Erfindung sollen die nachfolgenden Beispiele dienen.

Beispiel 1

Die Komponenten für die erfindungsgemäße Wirkstoffkombination wurden zunächst wie folgt hergestellt.

a) 2-Mercaptopyridin.

Die Herstellung erfolgte in Anlehnung an die Vorschrift aus Chem.Ber. 33, 1556 bis 57 (1900). Zunächst wurden 45 Mol Kaliumhydroxid in 1,5 Liter Wasser gelöst, worauf in diese Lösung H_2S eingeleitet wurde. Der bei der Umsetzung entstandene schwarze Niederschlag wurde abgesaugt und das Filtrat wurde eingeengt. Das auf diese Weise erhaltene Kaliumhydrogensulfid wurde in 7,5 Liter 1,2-Propylenglykol gelöst und unter Einleiten eines schwachen Stickstoffstromes zum Sieden unter Rückfluß erhitzt. Bei $175^{\circ}C$ wurden 15 Mol 2-Chlorpyridin so langsam zugetropft, daß das Gemisch weiter am Rückfluß siedete (Dauer ca. 2 Stunden).

Anschließend wurde noch weitere 20 Stunden unter schwachem Stickstoffstrom weiter erhitzt. Das entstandene Kaliumchlorid wurde abgesaugt und mit Äthanol portionsweise gewaschen. Das Filtrat und der Waschalkohol wurden vereinigt und unter Vakuum eingeengt bis ein fester Rückstand zurückblieb. Dieser Rückstand wurde unter Rühren und Erwärmen in 4,5 Liter Wasser aufgenommen. Nach vorsichtiger Zugabe von Aktivkohle wurde noch einige Zeit unter Rückfluß erhitzt, worauf die heiße Lösung abgesaugt wurde. Das abge-

kühlte Filtrat wurde bei Zimmertemperatur unter schwachem Rühren mit Essigsäure angesäuert. Das 2-Mercaptopyridin wurde mit Chloroform portionsweise extrahiert. Die organischen Extrakte wurden vereinigt und wiederum eingeengt, bis ein fester Rückstand zurückblieb. Dieser wurde in wenig Benzol gelöst, worauf die Lösung unter Rühren abgekühlt und schließlich das Kristallisat abgesaugt wurde. Das in einer Ausbeute von 75 bis 80 % der Theorie erhaltene 2-Mercaptopyridin wies einen Schmelzpunkt von 124 bis 128°C auf.

b) Mischformal von Benzylalkohol und Butyldiglykol

1 Mol Butyldiglykol und 1 Mol Benzylalkohol wurden mit 2,5 Mol Paraformaldehyd nach Zusatz von etwa 1 g Kaliumcarbonat auf 70°C erhitzt und 1 Stunde lang bei dieser Temperatur gerührt. Nach dem Abkühlen wurde filtriert, und die Mischung wurde ohne weitere Reinigung für die nachfolgenden bakteriologischen Untersuchungen verwendet.

In analoger Weise können auch Benzylalkohol-O-formal und Butyldiglykolhalbformal unter Verwendung von Benzylalkohol bzw. Butyldiglykol und der entsprechenden Menge Paraformaldehyd hergestellt werden.

c) N,N,N-Tris(oxyäthyl)-hexahydrotriazin

Die Herstellung kann gemäß der DT-PS 1 148 706 erfolgen.

Zu 61 Teilen 2-Oxyäthylamin wurden unter Rühren 30 Teile Paraformaldehyd portionsweise gegeben. Die exotherm verlaufende Reaktion setzte sofort ein, wobei der feste Paraformaldehyd in Lösung ging. Die Temperatur wurde durch Kühlen auf 60°C gehalten. Nach Zugabe der gesamten Aldehydmenge, was etwa 1 Stunde erforderte, wurde noch 1/2 Stunde weiter gerührt und dann abkühlen gelassen. Es wurde ein hellgelbes, wasserlösliches Öl erhalten.

Folgende Wirkstoffe und Wirkstoffkombinationen fanden für die nachfolgend beschriebenen mikrobiologischen Vergleichsversuche Verwendung:

- 1) N,N,N-Tris(oxyäthyl)-hexahydrotriazin (Vergleich)
- 2) Benzylalkohol-O-formal (Vergleich)
- 3) 2-Mercaptopyridin (Vergleich)
- 4) Butyldiglykolhalbformal (Vergleich)
- 5) Mischformal von Benzylalkohol und Butyldiglykol (Vergleich)
- 6) 95 Teile N,N,N-Tris(oxyäthyl)-hexahydrotriazin mit 5 Teilen 2-Mercaptopyridin
- 7) 95 Teile Benzylalkohol-O-formal mit 5 Teilen 2-Mercaptopyridin
- 8) 95 Teile Butyldiglykolhalbformal mit 5 Teilen 2-Mercaptopyridin,
- 9) N-Methylolchloracetamid mit Synergist (Handelsprodukt GRO-TAN HD).

Beispiel 2

Da die in den Richtlinien der deutschen Gesellschaft für Hygiene und Mikrobiologie beschriebenen Suspen-

sionsversuche für die hier in erster Linie interessierenden Anwendungsgebiete kein ausreichende Aussagekraft besitzen, wurde zur Beurteilung der bakteriologischen Wirksamkeit ein möglichst praxisgerechter Konservierungsversuch herangezogen, mit dessen Hilfe die Wirksamkeit chemischer Konservierungsmittel für wasserverdünnbare Kühlschmierstoffe getestet werden kann. Dazu werden die Kühlschmierstoffe in ihren entsprechenden Verdünnungen mit verschiedenen Konzentrationen an Konservierungsmittel versetzt. Die laufende Keimbelastung wird durch periodisches Beimpfen der Versuchsansätze erreicht. Parallel hierzu werden Ausstriche der einzelnen Probenansätze vorgenommen, wobei die Beurteilung anhand des mikrobiellen Wachstums der verschiedenen Ausstriche erfolgen kann. Bei diesem Test ist ein Konservierungsmittel um so wirksamer, je länger der Zeitraum bis zum ersten Auftreten mikrobiellen Wachstums ist.

a) Kultivierung der Impflösung

Bei der Kultivierung der Impflösung wird berücksichtigt, ob es sich um einen Kühlschmierstoff auf Mineralölbasis, einen halbsynthetischen Kühlschmierstoff oder einen mineralölfreien synthetischen Kühlschmierstoff handelt. Entsprechend der Zusammensetzung des zu untersuchenden Kühlschmierstoffes wird das Medium für die Mikroorganismen ausgewählt, wobei von diesen 2- bis 4%ige Verdünnungen hergestellt

werden. Die Kühlschmierstoffverdünnungen werden einmal wöchentlich mit vorher auf Platten kultivierten Keimen beimpft. Für einen praxisgerechten Test muß die Impflösung die folgenden Keime enthalten:

1) Bakterien: *Escherichia Coli*

Pseudomonas aeruginosa

~~*Proteus vulgaris*~~ *Proteus vulgaris*

Bazillen

diverse gram-negative Stäbchen

Farbstoffbildner

2) Pilze: *Aspergillus spec.*

Penicillium spec.

Fusarien

diverse Hefen

Die so hergestellte Impflösung wird im Wasserbad von 35°C in umgekehrten Waschflaschen im Tag- und Nachtzyklus belüftet. Einmal je Woche werden 20 % der gesamten Impflösung verworfen und durch frisch angesetzte Kühlschmierstoffverdünnung ersetzt. Hierdurch wird sichergestellt, daß der Keimgehalt der Impflösung jeweils oberhalb von 10^6 Keime/ml liegt und daß keine Selektion einzelner Keimarten erfolgt.

b) Durchführung des Tests

Es werden jeweils 50 ml Kühlschmierstoffverdünnung

in der üblichen Konzentration angesetzt. Zu diesen Verdünnungen werden in getrennten Ansätzen die zu untersuchenden Konservierungsmittel in ihren Anwendungskonzentrationen zugegeben. Als Wachstumskontrolle dient eine jeweils unkonservierte Kühlschmierstoffverdünnung. Die Versuchsansätze werden zweimal wöchentlich mit 1 % Impflösung versetzt. Als belastendes Material werden den Proben jeweils 1 g Gußspäne zugesetzt.

Zur Schaffung praxisnaher Verhältnisse werden die Kühlschmierstoffverdünnungen in 200 ml-Erlenmeyer-Kolben tagsüber auf einer Schüttelmaschine bewegt. Um einen Gasaustausch zu gewährleisten, werden die Kolben nicht verschlossen. Nachts werden die Proben nicht geschüttelt. Die Verdunstungs- und Austrageverluste der Kühlschmierstoffverdünnungen werden einmal wöchentlich durch Leitungswasser (Härte 20°) ersetzt.

Jeweils unmittelbar vor der Neubeimpfung erfolgen zweimal wöchentlich Ausstriche auf Traubenzucker- und Sabouraud-Agar. Diese Ausstriche werden zur Prüfung auf Bakterien bei 35°C bzw. zur Prüfung auf Pilze bei 22°C bebrütet. Die Ablesung erfolgt jeweils nach 35 bzw. 72 Stunden. Der Bewuchs wird halbquantitativ von negativ über einfach positiv bis dreifach positiv

bewertet. Das Ende der konservierenden Wirkung wird durch mehrfach nachgewiesenes massives, d.h. dreifach positives Keimwachstum, festgestellt.

Den vorstehend beschriebenen Tests wurden die in Beispiel 1 angegebenen Wirkstoffe (zum Vergleich) und Wirkstoffkombinationen unterworfen. Die dabei erhaltenen Ergebnisse sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengefaßt. Die Proben sind als Konservierungsmittel für die Kühlschmierstoffe um so wirksamer, je länger die Proben keimfrei bleiben. Die in den Tabellen enthaltenen Ergebnisse zeigen deutlich, daß die erfindungsgemäßen Wirkstoffkombinationen (Proben 6, 7 und 8) den Vergleichsproben hoch überlegen sind; die Wirksamkeit der Kombinationen übertrifft die der Einzelbestandteile bei gleicher Konzentration um ein Mehrfaches.

Tabelle

	Produkt	Konz. in Gew. %	Zeitraum der Keimfreiheit
a) Kühlschmierstoff auf Mineralölbasis (Oemeta 59) 4%ig	Blindprobe	-	3 Tage
	1	0,1	5 Tage
	2	0,1	7 Tage
	2	0,2	12 Tage
	6	0,1	60 Tage
	7	0,1	60 Tage
	8	0,1	60 Tage
b) Kühlschmierstoff auf Mineralölbasis (Dromus B) 4%ig	Blindprobe	-	5 Tage
	8	0,15	40 Tage
	6	0,15	35 Tage
	9	0,15	22 Tage
c) Synthetischer Kühlschmierstoff (ADDIX SF) 2%ig	Blindprobe	-	3 Tage
	1	0,1	10 Tage
	2	0,1	10 Tage
	3	0,005	7 Tage
	4	0,1	14 Tage
	6	0,1	49 Tage
	8	0,1	49 Tage
d) Kühlschmierstoff auf Mineralölbasis (Oemeta 59) 4%ig	Blindprobe	-	3 Tage
	1	0,15	7 Tage
	2	0,15	15 Tage
	3	0,0075	3 Tage
	4	0,15	7 Tage
	6	0,15	50 Tage
	8	0,15	50 Tage

Die erfindungsgemäßen Mittel können darüber hinaus weitere mikrobizide Wirkstoffe enthalten. Als Beispiele für geeignete Wirkstoffe seien substituierte Phenole, Formaldehydabspalter, substituierte Pyridin-N-oxide, Kondensationsprodukte aus Morpholin, Formaldehyd und Nitroalkanen, usw. genannt.

Die Konservierungs- und Desinfektionsmittel gemäß Erfindung kommen in flüssiger Form in den Handel. In der Praxis werden sie entweder in Konzentrationen von etwa 0 bis 5 Gew.% in die Kühlschmierstoffkonzentrate eingearbeitet oder es werden niedrigere Konzentrationen von beispielsweise 0,1 oder 0,15 Gew.% in die Gebrauchsemulsionen eingearbeitet.

Patentanspruch:

Konservierungs- und Desinfektionsmittel für technische Lösungen, Emulsionen, Dispersionen und Suspensionen, gekennzeichnet durch einen Gehalt an einer Wirkstoffkombination bestehend aus

- a). 1) einem Kondensationsprodukt von äquimolaren Mengen Formaldehyd mit einem primären Alkyl-, Hydroxyalkyl- oder Alkoxyalkylamin mit 2 bis 6 C-Atomen im Alkylrest, oder Gemischen derartiger Kondensationsprodukte, oder
- a) 2) einem Additions- oder Kondensationsprodukt von 1 bis 2 Mol Formaldehyd je Mol alkoholischer Hydroxylgruppe mit Benzylalkohol und/oder aliphatischen Glykolen mit 2 bis 8 C-Atomen im Molekül und/oder Monoalkyläthern derartiger Glykole mit 1 bis 6 C-Atomen im Ätherrest, oder Gemischen derartiger Produkte, und
- b) 2-Mercaptopyridin oder dessen Alkali- und Ammoniumsalzen,

wobei das Verhältnis von Komponente a) zu Komponente b) zwischen 1:1 und 99:1 liegt.

ugs:cm